

Otimização experimental da resolução em ensaio de aminas graxas por cromatografia gasosa (CG)

Nelson Vicente da Costa Jr.^{1,2}(PQ) e Guintar Luciano Baugis^{1,3}(PQ)*

*e-mail: luckq@petrobras.com.br

1) Faculdades Oswaldo Cruz, R. Brigadeiro Galvão 540, São Paulo-SP; 2) Clariant SA, Av Jorge Bei Maluf 2173, Suzano-SP; 3) Petrobras SA-Recap, Av. Alberto S. Sampaio 2122A, Mauá-SP.

Palavras Chave: Planejamento experimental, cromatografia gasosa, aminas graxas.

Introdução

Inúmeros fatores influenciam a resolução do ensaio em CG - pressão, temperatura, volume de amostra, taxa de aquecimento, etc. Empregando o método fatorial de planejamento de experimentos¹, os efeitos e interações de quatro importantes fatores foram avaliados em uma análise com alquil-aminas terciárias. Os ensaios foram realizados variando simultaneamente os fatores selecionados em dois níveis (planejamento 2⁴ completo) e tomando as resoluções entre os componentes da amostra como respostas.

Resultados e Discussão

Na Tabela 1 constam os fatores e respectivos níveis selecionados. Na figura 1 apresenta-se um cromatograma obtido entre os 16 ensaios realizados.

Tabela 1. Fatores em níveis estudados.

Fatores	Unidade	(-)	(+)
V – volume da amostra	µL	0,2	0,5
P – pressão da coluna	psi	5	10
T – temperatura do forno	°C	250	280
E – elevação de T	°C/min	10	20

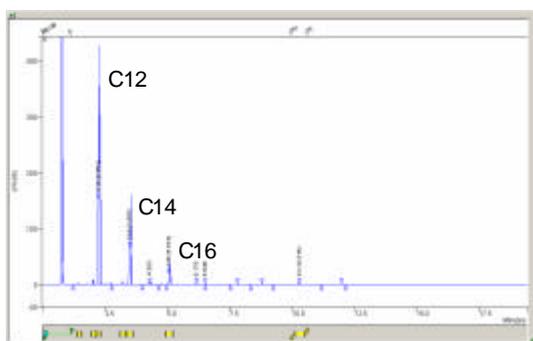


Figura 1. Cromatograma (ensaio vp)

A resolução em cada ensaio ($R = \frac{t_r(w)}{w}$)² foi calculada para os componentes C14 e C16, tomando como referência o componente C12. Os efeitos e interações

entre fatores, considerando a resolução como respostas, foram calculados e tratados estatisticamente. A Figura 2 apresenta os efeitos calculados para a resolução C14/C12 e C16/C12. Nota-se que o efeito mais significativo para C14/C12 foi o volume de amostra injetado e para C16/C12 foi a elevação de temperatura. Em ambas as análises da resolução pôde se verificar uma interação significativa entre o volume de amostra e a pressão da coluna, conforme se apresenta na Figura 3.

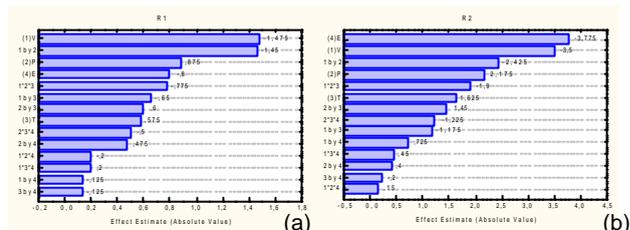


Figura 2. Efeitos e interações calculados para as resoluções (a) C14/C12 e (b) C16/C12.

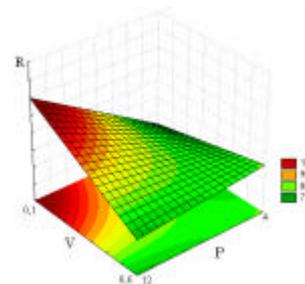


Figura 3. Superfície de resposta da resolução em função de V e P.

Conclusões

Melhores resoluções são obtidas com volume de amostra baixo e pressão de coluna alta. Para a resolução de componentes com r^0 de C maiores, a elevação de temperatura cuidadosa durante o ensaio também é importante.

Agradecimentos

Às Faculdades Oswaldo Cruz e à Clariant SA que tornaram possíveis a realização desse trabalho.

¹ Montgomery, D.C.; Estatística aplicada e Probabilidade para Engenheiros, 2ª ed., LTC, Rio de Janeiro, 2003.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² D.Harris, Q.A.Quantitativa, 5ª ed., LTC, Rio de Janeiro, 2001.